

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
HALAMAN PERSEMBAHAN	iv
PRAKATA	v
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
DAFTAR SINGKATAN	xvi
INTISARI	xvii
ABSTRACT	xviii
BAB I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Keaslian Penelitian	4
1.3 Perumusan Masalah	5
1.4 Tujuan Penelitian	5
1.5 Manfaat Penelitian	6
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1 Nanokomposit Berbasis Lempung Montmorillonit	7
2.2 Struktur dan Keasaman Montmorillonit	9
2.3 Modifikasi Montmorillonit dengan Model Pilarisasi	12
2.4 Si, Zr, dan Fe sebagai Prekursor Pilar Montmorillonit	16
2.5 Radiasi Gelombang Mikro dalam Proses Reaksi Kimia	17
2.6 Sintesis Metil Ester (Biodiesel) dengan Katalis Asam Padat	19
2.7 Metode Karakterisasi Montmorillonit dan Montmorillonit Termodifikasi	21
2.7.1 Karakterisasi dengan XRD	22
2.7.2 Karakterisasi dengan FTIR	24
2.7.3 Karakterisasi dengan BET <i>surface area</i>	26

2.7.4 Karakterisasi dengan TEM	28
2.7.5 Karakterisasi dengan SEM-EDAX	30
2.7.6 Karakterisasi dengan TGA-DTA	31
BAB III. LANDASAN TEORI, HIPOTESIS, DAN RANCANGAN PENELITIAN	33
3.1 Landasan Teori	33
3.1.1 Montmorillonit K10 termodifikasi sebagai katalis asam padat	33
3.1.2 Reaksi <i>sol</i> silika dengan kation polihidroksi	36
3.1.3 Partikel koloid SiO ₂ -ZrO ₂ dan SiO ₂ -Fe ₂ O ₃ sebagai agen pemilar	37
3.2 Hipotesis	40
3.3 Rancangan Penelitian	41
BAB IV. METODE PENELITIAN	44
4.1 Bahan-bahan Penelitian	44
4.2 Alat-alat Penelitian	44
4.3 Prosedur Penelitian	44
4.3.1 Pembuatan <i>sol</i> silika	45
4.3.2 Sintesis nanokomposit SiO ₂ -ZrO ₂ /Mt-K10	45
4.3.3 Sintesis nanokomposit SiO ₂ -Fe ₂ O ₃ /Mt-K10	46
4.4 Karakterisasi Hasil	46
4.5 Penentuan Total Keasaman Permukaan	47
4.6 Uji Stabilitas Termal	48
4.7 Uji Aktivitas Katalitik	48
BAB V. HASIL DAN PEMBAHASAN	50
5.1 Pembentukan Partikel Koloid Sebagai Agen Pemilar	50
5.2 Karakteristik Mt-K10 dan Nanokomposit Hasil Sintesis	51
5.2.1 Karakteristik struktur dari hasil analisis XRD	52
5.2.2 Karakteristik gugus fungsional dari hasil analisis FTIR	59
5.2.3 Hasil analisis serapan gas berdasarkan BET <i>surface area analyzer</i>	62
5.2.4 Karakteristik morfologi dan ukuran dari hasil analisis TEM	68
5.2.5 Karakteristik morfologi dari hasil analisis SEM-EDAX	71
5.3 Hasil Analisis Stabilitas Termal	73
5.4 Hasil Analisis Keasaman	77

5.5 Hasil Analisis Aktivitas Katalitik	82
BAB VI. KESIMPULAN DAN SARAN	90
6.1 Kesimpulan	90
6.2 Saran	91
DAFTAR PUSTAKA	92
LAMPIRAN	100

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 5.1 Estimasi Parameter kisi dan ukuran kristal	56
Tabel 5.2 Hasil Analisis adsorpsi gas N ₂	62
Tabel 5.3 Analisis unsur	71
Tabel 5.4 Nilai keasaman total (K _a)	78
Tabel 5.5 Prosentasi <i>recovery</i> berat katalis	89

DAFTAR GAMBAR

		Halaman
Gambar 2.1	Berbagai jenis nanokomposit yang timbul dari interaksi silikat berlapis dan polimer (Alexandre dan Dubois, 2000)	9
Gambar 2.2	Skema situs aktif mineral lempung tipe 2:1 (Zhou dan Kelling, 2013)	10
Gambar 2.3	Struktur dua dimensi Mt-K10 tidak teraktivasi dan teraktivasi asam (Wallis et al., 2007)	12
Gambar 2.4	Sifat hidrasi-dehidrasi dari lempung dan lempung terpillar (Cool dan Vansant, 1998)	13
Gambar 2.5	Ilustrasi prekursor (a) Zr dan (b) Fe (Cool dan Vansant, 1998)	17
Gambar 2.6	Pola XRD (a) montmorillonit (b) Zn-montmorillonit (c) Fe-montmorillonit (d) Al-montmorillonit (Jha <i>et al.</i> , 2013)	23
Gambar 2.7	Spektra FTIR K10, Al-K10, KSF, dan Al-KSF (Molu dan Yurdakoc, 2010)	25
Gambar 2.8	Distribusi ukuran pori (a) Mt (b) Fe ₂ O ₃ -Mt (Kumar <i>et al.</i> , 2015)	27
Gambar 2.9	Isoterm adsorpsi-desorpsi nitrogen: (a) NM2-400 (b) NM3-400, dan (c) NM4-400 (Choy et al., 1998)	27
Gambar 2.10	Citra HRTEM: (a) Na montmorillonit sebelum interkalasi (b) Fe ₂ O ₃ -montmorillonit (Mori <i>et al.</i> , 1992)	29
Gambar 2.11	Citra SEM dari enkapsulasi besi pada montmorillonit K10 (Muthuvel <i>et al.</i> , 2012)	31
Gambar 2.12	Termogram TG/DTA sampel SPC (<i>silica pillared clay</i>) (Li <i>et al.</i> , 2012)	32
Gambar 3.1	Esterifikasi beberapa asam lemak dengan metanol menggunakan katalis SMEacid dan K-10 (Rezende dan Pinto, 2016)	34
Gambar 3.2	Mekanisme reaksi asam laurat dan metanol dengan katalis asam	35

Gambar 3.3	Tahap reaksi esterifikasi menggunakan katalis asam padat (Di Serio <i>et al.</i> , 2008)	35
Gambar 3.4	Skema pembentukan SZPC dan transformasi <i>sol gel</i> SiO ₂ /ZrO ₂ (Choy <i>et al.</i> , 2003)	38
Gambar 3.5	Model montmorillonit terpillar <i>sol</i> silika (Han <i>et al.</i> , 1997)	39
Gambar 3.6	Jalur sintesis SiO ₂ -ZrO ₂ /Mt-K10	42
Gambar 3.7	Jalur sintesis SiO ₂ -Fe ₂ O ₃ /Mt-K10	43
Gambar 5.1	Hasil sintesis nanokomposit sebelum (kiri) dan setelah (kanan) radiasi gelombang mikro 700 W: (a,b) SZMK-700 dan (c,d) SFMK-700	52
Gambar 5.2	Difraktogram Mt-K10, SZMK-700, dan SFMK-700	53
Gambar 5.3	Penataan atom dalam unit sel montmorillonit Formula unit sel: [Al ₂ (OH) ₂ (Si ₂ O ₅) ₂] ₂ (van Olphen, 1977)	56
Gambar 5.4	Difraktogram SZMKs-Pengaruh kalsinasi	57
Gambar 5.5	Spektra FTIR Mt-K10, SZMK-700, SFMK-700	59
Gambar 5.6	Spektra FTIR SZMK-SK, SZMK-KB, SZMK-700, dan SZMK-800	61
Gambar 5.7	Isoterm adsorpsi-desorpsi nitrogen: (a) Mt-K10, (b) SZMK-KB, (c) SZMK-700, (d) SZMK-800, dan (e) SFMK-700	64
Gambar 5.8	Data distribusi pori: (a) Mt-K10, (b) SZMK-KB, (c) SZMK-700, (d) SZMK-800, dan (e) SFMK-700	67
Gambar 5.9	Histogram distribusi pori vs total volume pori	68
Gambar 5.10	Citra TEM dan pola SAED (insert): (a) Mt-K10, (b) SZMK-KB, (c) SZMK-700, dan (d) SFMK-700	69
Gambar 5.11	Citra SEM (kiri) dan spektra EDAX (kanan): (a) Mt-K10, (b) SZMK-700, dan (c) SFMK-700	72
Gambar 5.12	Difraktogram Mt-K10 setelah pemanasan 300 dan 500 °C	74
Gambar 5.13	Difraktogram SZMK-700 setelah pemanasan 300 dan 500 °C	75
Gambar 5.14	Difraktogram SFMK-700 setelah pemanasan 300 dan 500 °C	75

Gambar	5.15	Spektra FTIR Mt-K10 setelah pemanasan 300 dan 500 °C	76
Gambar	5.16	Spektra FTIR SZMK-700 setelah pemanasan 300 dan 500 °C	76
Gambar	5.17	Spektra FTIR SFMK-700 setelah pemanasan 300 dan 500 °C	77
Gambar	5.18	Spektra FTIR Mt-K10, SFMK-700, dan SZMK-700 setelah mengadsorp ammonia	79
Gambar	5.19	Termogram TGA/DTA Mt-K10 (kiri) dan SZMK-700 (kanan)	81
Gambar	5.20	Skema reaktor <i>batch</i> pada penelitian	83
Gambar	5.21	Kromatogram hasil esterifikasi asam laurat: (a) tanpa katalis (blanko), (b) katalis Mt-K10, (c) SZMK-700, (d) SFMK-700	84
Gambar	5.22	Histogram % konversi total dan metil laurat hasil reaksi esterifikasi	85
Gambar	5.23	Kromatogram hasil reaksi esterifikasi menggunakan kembali katalis SZMK-700: (a) siklus pertama (b) siklus kedua	86
Gambar	5.24	Histogram % hasil vs siklus reaksi esterifikasi menggunakan katalis SZMK-700	87
Gambar	5.25	Kromatogram hasil reaksi esterifikasi menggunakan kembali katalis SFMK-700: (a) siklus pertama (b) siklus kedua	87
Gambar	5.26	Histogram % hasil vs siklus reaksi esterifikasi menggunakan katalis SFMK-700	88

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
LAMPIRAN I KAPASITAS TUKAR KATION	100
LAMPIRAN II HASIL ANALISIS XRD	101
II.1 Data 2θ , <i>d-spacing</i> , dan FWHM <i>host</i> montmorillonit K10	101
II.2 Data 2θ , <i>d-spacing</i> , dan FWHM Mt-K10(500)	102
II.3 Data 2θ , <i>d-spacing</i> , dan FWHM Mt-K10(300)	103
II.4 Data 2θ , <i>d-spacing</i> , dan FWHM SZMK-KB	104
II.5 Data 2θ , <i>d-spacing</i> , dan FWHM Mt-K10 terpilar SiO ₂ -ZrO ₂ , radiasi 700 W (SZMK-700)	105
II.6 Data 2θ , <i>d-spacing</i> , dan FWHM SZMK-700(300)	106
II.7 Data 2θ , <i>d-spacing</i> , dan FWHM SZMK-700(500)	107
II.8 Data 2θ , <i>d-spacing</i> , dan FWHM Mt-K10 terpilar SiO ₂ -ZrO ₂ , radiasi 800 W (SZMK-800)	108
II.9 Data 2θ , <i>d-spacing</i> , dan FWHM Mt-K10 terpilar SiO ₂ -Fe ₂ O ₃ , radiasi 700 W (SFMK-700)	109
II.10 Data 2θ , <i>d-spacing</i> , dan FWHM SFMK-700(300)	110
II.11 Data 2θ , <i>d-spacing</i> , dan FWHM SFMK-700(500)	111
II.12 Data 2θ , <i>d-spacing</i> , dan FWHM SZMK-SK	112
II.13 Perhitungan Estimasi Parameter Kisi dan Ukuran Kristal	113
LAMPIRAN III HASIL ANALISIS SERAPAN GAS	115
III.1 Data Montmorillonit K10	115
III.2 Data Mt-K10 terpilar SiO ₂ -ZrO ₂ , kalsinasi konvensional, (SZMK-KB)	118
III.3 Data Mt-K10 terpilar SiO ₂ -ZrO ₂ , radiasi 700 W, (SZMK-700)	120
III.4 Data Mt-K10 terpilar SiO ₂ -ZrO ₂ , radiasi 800 W, (SZMK-800)	125
III.5 Data Mt-K10 terpilar SiO ₂ -Fe ₂ O ₃ , radiasi 700 W, (SFMK-700)	127

LAMPIRAN	IV	HASIL ANALISIS AKTIVITAS KATALIS	129
		IV.1 Perhitungan Prosentasi Total Konversi dan Hasil Metil Laurat	129
		IV.2 Kromatogram Asam Laurat (Standar)	130
		IV.3 Perhitungan Prosentasi <i>Recovey</i> Berat Katalis	131
LAMPIRAN	V	PUBLIKASI ILMIAH	132

DAFTAR SINGKATAN

BDDT	= Brunauer, Deming, Deming, dan Teller
BET	= Brunauer, Emmet, dan Teller
BJH	= Barrett, Joyner, dan Halenda
CTAB	= <i>Cetyltrimethylammonium Bromide</i>
DTA	= <i>Diferensial Thermal Analysis</i>
EDAX	= <i>Energy Dispersive Analysis X-Rays</i>
EXAFS	= <i>Extended X-ray Absorption Fine Structure</i>
FTIR	= <i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i>
FWHM	= <i>Full Weight of Half Maximum</i>
GHz	= Giga Hertz
HRTEM	= <i>High Resolution Transmission Electron Microscopy</i>
IUPAC	= <i>The International Union of Pure and Applied Chemistry</i>
KTK	= Kapasitas Tukar Kation
MHz	= Mega Hertz
Mt-K10	= Montmorillonit K10
PILC	= <i>Pillared Clay</i>
SAED	= <i>Selected Area Electron Diffraction</i>
SEM	= <i>Scanning Electron Microscopy-</i>
TEM	= <i>Transmission Electron Microscopy</i>
TEOS	= Tetraetil ortosilikat
TGA	= <i>Thermogravimetri Analysis</i>
XANES	= <i>X-Rays Absorption Near Edge Spectroscopy Analysis</i>
XPS	= <i>X-Rays Photoelectron Spectroscopy</i>
XRD	= <i>X-Rays Diffraction</i>